

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



[B] (11) KUULUTUSJULKAISSU
UTLÄGGNINGSSKRIFT

67568

C (45) Patentti myönnetty 10.04.1935
Patent meddelat
(51) Kv.Ik.³/Int.Cl.³ C 09 C 1/02, 3/00
(86) Kv. hokkes — Int. anmärkan
(21) Patentihakemus — Patentansökaning 834418
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag 02.12.83
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag 02.12.83
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig
(44) Nähtäväksipanoni ja kuuljulkaisun pvm. —
Anmärkan utlaid och utskriften publicerad 31.12.84
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet

SUOMI-FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(71) Kemira Oy, Malminkatu 30, 00100 Helsinki 10, Suomi-Finland(FI)
(72) Hannu Armas Äijälä, Helsinki, Timo Valdemar Löfgren, Espoo,
Kirsti Uimonen, Espoo, Suomi-Finland(FI)
(74) Berggren Oy Ab
(54) Kipsipigmentti tai -täyteaine - Gipspigment eller -fyllmedel

(57) Tiivistelmä

Keksintö kohdistuu kipsipigmenttiin tai täyteaineeseen, jonka keskimääräinen hiukkaskoko on välillä 0,5-5 μm , hiukkaskokoalue käytännöllisesti katsoen kokonaisuudessaan yli 0,3 μm ja hiukkasten pisimmän dimension suhde lyhimpään keskimäärin 3-15, edullisesti 4-6.

Keksinnön mukainen pigmentti valmistetaan siten, että kipsin vesiliettetä jauhetaan hiukkaskokoon 0,5-5 μm dispergointiaineiden läsnäollessa olennaisesti korkeammassa kuiva-aineepitoisuudessa kuin mitä ilman dispergointiaineita tehdysä jauhatuskokeessa todetaan käyttökelpoiseksi.

(57) Sammandrag

Uppfinningen avser ett gipspigment eller fyllmedel vars genomsnittliga partikelstorlek är mellan 0,5-5 μm , partikelstorleksinterval praktiskt taget i sin helhet över 0,3 μm och förhållandet mellan partiklarnas längsta dimension till den kortaste i medeltal 3-15, lämpligen 4-6.

Pigmentet enligt uppfinningen framställs så, att ett vattenslamma av giset males till en partikelstorlek på 0,5-5 μm i närvaro av ett dispergeringsmedel till en torrämneshalt som är väsentligen högre än vad man vid ett malningsförsök utan dispergeringsmedel finner användbart.

Kipsipigmentti tai -täyteaine

Keksintö koskee uudentyyppistä kipsipigmenttiä tai -täyteainetta, jonka keskimääräinen hiukkaskoko on 0,5-5 μm .

Nykyisin käytettävistä pääällystyspigmenteistä on kaoliini levy-mäistä. Sen keskimääräinen muototekijä, eli suurimman dimension suhde pienimpään, on noin 20-30. Talkki on vielä levymäisempää. Tällaisia pääällystyspigmenttejä käytettäessä pystytään suhteellisen helposti valmistamaan kiiltäviä pääällysteitä, joiden huonona puolena kuitenkin on liian alhainen painovärin absorptiokyky ja usein myös huono vaaleus tai opasiteetti, samoin taipumus blistering-ilmiöön painovärin kuivatusvaiheessa. Näiden puutteiden korjaamiseksi lisätään usein myös kiiltävään paperiin tarkoitettuun pääällysteeseen pienet määrät kalsiumkarbonaattia. Karbonaattili-säys alentaa kuitenkin kiiltoa ja vaikuttaa pääällystyspastan sta-biilisuuteen haitallisesti. Karbonaatista aiheutuu vaikeuksia myös puupitoista paperia valmistavan tehtaan vesisysteemissä, kalsiumkarbonaatti kun reagoi alumiinisulfaattia kuluttavasti, jolloin hylkypaperin määrissä tapahtuvat heilahtelut vaikuttavat vesisysteemin pH-arvoon.

Mattapaperia voidaan periaatteessa valmistaa pääällystämällä sa-malla kaoliinia sisältävällä pastalla kuin kiiltävää paperia, mutta käsittelymällä kalanteroinnissa niin lievästi, että saavu-tetaan haluttu sileys, mutta ei kiiltoa. Tällaisessa paperissa toivotaan parempaa vaaleutta. Paperia käsiteltäessä syntyy myös helposti häiritseviä jälkiä.

Puuvapaisiin paperilaatuihin soveltuivia, muototekijältään keski-määrin 1-3 olevia märkäjauhettuja kalsiumkarbonaattiperustaisia mattapääällystyspigmenttejä on saatavilla. Kun niitä käytetään happamissa paperinvalmistusolosuhteissa syntyy edellä mainittuja ongelmia.

Kuivajauhamalla valmistettu paperin pääällystykseen tarkoitettu kipsipigmentti tunnetaan FI-hakemuksesta 750387. Tällaisessa kipsipigmentissä muototekijä vaihtelee n. 2-6 μm välillä ja sillä voidaan saavuttaa korkeampia kuiva-aineepitoisuksia kuin jäljempänä mainituilla kipsipigmenttilauduilla. Tällainen pigmentti soveltuu hyvin mattapaperin valmistukseen. Kiiltäviin paperilaatuuihin sitä ei ole voitu käyttää, sillä yli 40 % kipsiä pääällysteen pigmenttimäärästä johtaa kiillon selvään alentumiseen ja alle 40 % osuus kaoliinia sisältävässä pastassa on erittäin vaikeata saada stabiliksi. Tämä johtunee pigmenttilaadun sisältämästä hienoimmaasta, alle 0,3 μm hiukkaskokoa olevasta fraktiosta, jota kuvajauhatuksessa välttämättä syntyy ja jota flokkautumisen vuoksi ei saada poistetuksi. Riittävän hienon pigmentin valmistus kuivajauhatuksella on vaikeata myös siksi, että kipsi helposti jauhatusenergian vaikutuksesta menettää kidevesiään muuttuen reaktiiviseksi hemihydraatiksi.

US-patentissa 4310360 ja SE-patentihakemuksesta 8200586 esitetään menetelmät valmistaa kipsipigmenttiä märkäjauhatusmenetelmällä, esimerkiksi fosforihapon valmistuksen yhteydessä kiteytettävästä prosessikipsistä. Näissä menetelmissä jauhatus suoritetaan käytetään 0,5-3,0 % karboksimetyyliselluloosaa tai karboksimetyyliseluloosan ja eräiden muiden polymeerien yhdistelmiä jauhatusapuaineina myllyissä, jotka on täytetty n. 0,5-4 μm läpimittaisilla mikrojauhinkappaleilla.

Näillä menetelmillä saadun pigmentin muototekijä on n. 15 tai yli. Se on erältä ominaisuuksiltaan varsin mielenkiintoinen. Levymäisen hiukkasmuotonsa ansiosta se soveltuu kaoliinin korvaamiseen kiiltävissä paperilauduissa, jos se on jauhettu tarpeeksi hienojakoiseksi, ainakin 70 % alle 2 μm , mieluummin ainakin 80 % alle 2 μm hienouteen. Pigmentin hiukkaskokojakautuma tulee tällöin loivaksi. On osoittautunut, että tällainen suurissa leikkausvoimissa tapahtuvassa jauhatuksessa syntyvä levymäinen kipsipigmentti on suuren ominaispintansa vuoksi vaikeata sekoittaa

muiden pigmenttien, kuten kaoliinin tai talkin kanssa. Niinpä esimerkiksi stabiilin pääällystyspastan valmistus kaoliinin kanssa 75:25 pigmenttisuhteessa (kaoliini ensin mainittuna) on lähes mahdotonta. Lisäksi tällaisen pigmentin valmistus on erittäin vaikeata teknillisesti pigmenttilietteen suuren viskositeetin ja tiksotrooppisuuden vuoksi. Suuri ominaispinta johtaa samalla erittäin korkeaan polyfosfaatti- tai polyakrylaattityyppisten dispergointiaineiden tarpeeseen CMC:n lisäksi, jotta pastat olisivat stabiileja.

Tunnetun menetelmän mukaan valmistettu pääällystyspigmentti mat-talaatuisia papereita varten on sikäli helpommin sovellettavissa, että pigmentti on karkeampaa ja käsitteily sen vuoksi helpompaa. Niinpä sitä voidaan käyttää esimerkiksi hyvää pintalujutta ja märkähankauskestävyyttä vaativissa kohteissa tavanomaisiin pigmentteihin verrattuna paremmin tuloksin. Sekoittettavuus kaoliinin kanssa ei kuitenkaan ole toivottavalla tasolla. Toinen puutteeli-suus on pääällysteen suhteellisen alhainen painovärin absorptio, jota eräissä sovellutuksissa haluttaisiin paremmaksi. Myöskään painettavuus syväpainomenetelmällä ei ole riittävän hyvä. Tällä menetelmällä ei voida valmistaa kipsipigmenttiä, joka antaisi yhtä hyviä sileyksiä ja tasaisuuksia mattapaperille kuin mitä on saatavissa uudentyyppisillä kalsiumkarbonaattiin perustuvilla pääällystyspigmenttilaaduilla.

Espanjalaisessa patentissa 498334 esitetään menetelmä luonnon kipsin jalostamiseksi paperin pääällystyspigmentiksi menetelmällä, jonka mukaan ensimmäinen vaihe on kipsin (0,5-100 μm) disper-gointi anionisten tai nonionisten pinta-aktiivisten aineiden, tyyppiä dikarboksylylihappoesterijohdannainen tai polyoksietyloitu rasva-alkoholi, taikka selluloosaeetterityyppisen suojakolloidin kanssa, toisena vaiheena näin tehdyn kipsilietteen jauhatus kes-kimäärin 1,4-1,8 mm läpimittaisilla jauhinkappaleilla varustetussa myllyssä noin 0,5-1,0 μm :n hiukkaskokoon ja kolmantena vai-heena levymäistä tai neulamaista hiukkasmuotoa edustavan, 8-68 %

Al O sisältävän, hienojakoisen mikropigmentin lisäämisen
^{2 3} kipsipigmenttiin. Tässä patentissa mainitaan ylimalkaisesti li-
 sääinemääriksi kipsin dispergoinnissa 0,2-5 % kipsistä ja kuiva-
 ainepitoisuudeksi 40-80 %.

Espanjalaisessa patentissa 498334 ei esitetä suoritusesimerkkien muodossa yksityiskohtaisia tietoja käyttökelpoisista kemikaaleista, niiden annostelusta tai kuiva-ainepitoisuudesta. Koska kipsipigmentin käyttökelpoisuus kuitenkin täytyy varmistaa mikropigmenttiä lisäämällä, on ilmeistä, että menetelmässä on toimittu alhaisella viskositeettialueella, jolloin pigmentti saadaan muodoltaan pyöreähönä, sen muototekijä on n. 1-4, ja samalla saadaan jyrkkä hiukkaskokojakautuma. Tällaisen pigmentin reologian ja päälystysominaisuksien korjaamiseksi on mikropigmenttilisäys tarpeen.

FI-patentihakemuksessa 803245 esitetään menetelmä valmistaa kalsiumkarbonaatista päälystyspigmenttiliete, jossa on erittäin suuri kuiva-ainepitoisuus, jopa 80 %. Tulokseen päästäään julkaisun mukaan siten, että kalsiumkarbonaatti jauhetaan alhaisessa kuiva-ainepitoisuudessa ilman dispergointiaineita. Saatu pigmenttiliete, jossa hiukkasten kokojakautuma on jyrkkä, suodataan ja liitetään sitten uudelleen dispergointiaineiden kanssa.

Pigmenttien ja täyteaineiden hiukkaskokojakautuman ja hiukkasmuodon vaikutuksesta pigmenttien pakkautuvuuteen ja edelleen tuotteiden (esim. paperin päälysteiden) ominaisuuksiin on olemassa useita julkaisuja. Hiukkaskokojakautuman korjaamiseksi luokitellaan liika esiintyvä hiukkaskokofraktio pois tai lisätään puuttuvaa fraktiota. Pakkautuvuutta muutetaan haluttuun suuntaan usein myös lisäämällä joukkoon eri muotoista pigmenttiä.

Tehtäessä kipsipigmentin valmistuskokeita todettiin, että alhaisessa kuiva-ainepitoisuudessa saatiin jyrkempi hiukkaskokojakautuma kuin edellä mainitun US-patentin 4310360 ja SE-patentihake-

muksen 8200586 mukaan toimittaessa. Ilman jauhatusapuaineita jauhetun, suodatetun ja uudelleen dispergoidun kipsipigmentin kuivaaineepitoisuus oli sensijaan vaikea saada edes samalle tasolle kuin mainituilla tunnetuilla menetelmillä.

Nyt huomattiin täysin yllättäen, että kun kipsin kuiva-aineepitoisuus lietteessä säädettiin dispergointiaineiden avulla 2-22 %-yksikköä korkeammaksi kuin mitä ilman dispergointiaineita todettiin käytökelpoiseksi, saatiin syntymään uusi kipsipigmenttilaatu, josta puuttuu kokonaan kuivajauhetussa kipsipigmenttisä-esiintyvä pölymäinen hieno fraktio ja hemihydraattijäänteet eikä siinä myöskään ole n. 0,3 um alittavia suomumaisia pigmenttihiukkasia, joita on tunnettujen US-patentin 4310360 ja SE-patenttihakemuksen 8200586 mukaisissa pigmenteissä. Uuden pigmenttilaadun hiukkasten pituuden suhde paksuuteen on alempi kuin edellä mainituilla menetelmillä saatu (n. 15), mutta suurempi kuin keskimäärin 2-3, mikä suunnilleen on alhaisessa viskositeetissa ilman apuaineita tai ES-patentin 498334 menetelmän mukaan saatu suhde. Uuden pigmenttilaadun hiukkaskokojakautuma on tunnetuilla menetelmillä saatujen välillä.

Keksintöä selostetaan alla lähemmin viitaten oheisiin piirustuksiin, joissa

Kuvio 1A esittää tunnetun tekniikan mukaan tehtyä levymäistä kipsipigmenttiä, jossa hiukkasten pituuden suhde paksuuteen on n. 15-20. Kuvio 1B esittää kaoliinipigmenttiä. Kuviossa 1C nähdään alhaisessa kuiva-aineepitoisuudessa ilman jauhatusapuaineita valmistettu kipsipigmentti, jossa hiukkasten muototekijä on n. 1-3 ja hiukkaskokojakautuma on jyrkkä. Kuvio 1D esittää märkäjauhamalla valmistettua kalsiumkarbonaattipigmenttiä. Kuvio 1E esittää kuivajauhamalla saatua kipsipigmenttiä ja kuvio 1F keksinnön mukaista kipsipigmenttiä. Kuvioissa 1A-F on 3000 kertainen suurennos.

Kuvio 2A esittää keksinnön mukaista kipsipigmenttiä, jonka muototekijä on n. 3-4 ja kuvio 2B vastaavaa pigmenttiä, jossa muototekijä on n. 4-6. molemmat on jauhettu käyttäen 0,8 % anionista pinta-aktiivista ainetta ja dispergoiden ilmaa joukkoon n. 1-10 % liitetilavuudesta. Kuiva-aineepitoisuus kuviossa 2A oli 69 % ja lämpötila 70°C ja tapauksessa 2B 72 % ja lämpötila 45°C. Kuvio 2C esittää märkäjauhettua kalsiumkarbonaattia ja kuvio 2D keksinnön mukaista kipsipigmenttiä, jonka valmistuksessa käytettiin 0,6 % anionista pinta-aktiivista ainetta ja samalla 0,2 % karboksimetyyliselluloosaa viskositeetin lisäämiseksi.

● Kuviossa 3 käyrä A esittää ilman apuaineita alhaisessa kuiva-aineepitoisuudessa jauhetun ja käyrä B SE-patenttihakemuksen 8200586 mukaan samaan keskimääräiseen hiukkaskokoon jauhetun kipsipigmentin hiukkaskokojakautumaa. Kun jauhatus tapahtuu keksinnön mukaan muototekijän arvoon 3-15, saadaan käyrien A ja B välillä oleva optimaalinen hiukkaskokojakautuma.

Uuden pigmenttilaadun hiukkasten pituuden suhde paksuuteen vaihtelee siis keskimäärin välillä 3 ja 15 ja edullisesti se on 4-6. Tällaisen pigmentin syntyminen edellyttää kiteitä leikkaavien ja katkovien voimien optimaalista suhdetta jauhimessa.

● Kun valmistetaan hienojakoista pigmenttiä kiiltäviin paperilatuuihin, toimitaan lähempänä annetun kuiva-aineepitoisuuden alarajaa ja karkeampien mattapigmenttien ja täyteaineiden valmistuksessa lähempänä ylärajaa, jotta pigmentin muoto säilyisi samanlaisena.

Uuden pigmentin valmistuksessa käytetään jauhatusapuaineita. Tarikoitukseen soveltuvat erityyppiset dispergointiaineet tai pinta-aktiiviset aineet. Nämä vaikuttavat kuitenkin siihen kuiva-aineepitoisuuteen, jossa optimaalinen tulos saavutetaan.

Käytettäessä pinta-aktiivisia jauhatusapuaineita on keksinnön mukaisen menetelmän yllättäen havaittu toimivan vasta silloin, kun lisääineen tai lisääineyhdistelmän avulla saadaan dispergoiduksi ilmaa jauhettavaan kipsilietteeseen hienoina kupplina. Tavanomaisesti laskettu kuiva-aineepitoisuus on tässä tapauksessa korkea, noin 67-75 %. Tämän kuiva-ainealueen alaosassa viskositeetti laskee tällöinkin optimaalisen alapuolelle. Viskositeetin ostamiseksi on tällöin edullista laskea jauhettavan lietteen lämpötilaa tai lisätä paksuntajaksi esimerkiksi matala- tai keskiviskootista karboksimetyyliselluloosaa noin 0,05-0,5 % käytetystä kuiva-aineepitoisuudesta riippuen. Samaan tulokseen päästään myös alemmassa kuiva-aineepitoisuudessa käyttämällä enemmän paksuntajaa.

Se, että keksinnön mukaista kipsipigmenttilaatua ei aikaisemmin ole valmistettu, johtunee siitä, että yleensä on toimittu kauppalaituiselta päälystyspigmentiltä kuljetettavuuden ja korkean kuiva-aineepitoisen päälystyspastan vaatiman vähintään 67 % kuiva-aineepitoisuudessa tai, jos mahdollisesti on kokeiltu alhaista kuiva-aineepitoisuutta, on vettä käytetty niin paljon, että pigmentin jälkikäsittely suodattamalla on mahdollista ilman eri prosessivaiheita. Keksinnön mukainen kipsipigmentti saadaan tavanomaisia dispergointiaineita käytettäessä alle 67 % kuiva-aineepitoisuudessa, mutta niin sakeana ja viskoottisena, että se on syytä laimentaa tai jälkidispergoida, ennenkuin ylimääräisen veden poisto suodattamalla tai linkoamalla voi vaivattomasti tapahtua. Pinta-aktiivisten aineiden avulla jauhettessa ei aikaisemmin korkeassa kuiva-aineepitoisuudessa tapahtuvassa kipsin jauhatuksessa ole oivallettu kiinnittää huomiota mahdollisuuteen parantaa kipsilietteen juoksevuutta dispergoimalla ilmakuplia lietteeseen, niin että sen tilavuus lisääntyy n. 1-10 %.

Keksintöä selostetaan alla lähemmin esimerkein.

Esimerkeissä käytetty synteettinen kipsi on peräisin fosforiha-
pon valmistuksesta märkämenetelmällä. Satu kaksikidevedellinen
kipsi on ennen kokeita puhdistettu joko pelkällä vesipesulla tai
luokittelemalla jätteeksi hienoin fraktio. Jauhettavan kipsin
dispergointi, jauhatus ja jauhetun kipsin seulonta on tehty tavan-
omaisilla laitteilla, jollaisia on kuvattu mm. US-patenttijulkai-
sussa 4310360.

Esimerkki 1 (Vertailukoe)

Kalsiumkarbonaatin jauhatuksesta tunnetun tekniikan
soveltaminen kipsiin:

Suoritettiin kokeita synteettisen kipsin jauhamiseksi FI-hakemuk-
sessa 803245 esitetyn menetelmän mukaan siinä kuvatulla jauhimel-
la. Osoittautui mahdottomaksi suorittaa jauhatusta n. 70-85 % alle
2 μ m hiukkaskokon asti niin, että lietteen kuiva-aineepitoisuus
olisi ilman dispergointiaineita voitu saada korkeammaksi kuin
50-55 %. Kokeissa käytetyt myllyt olivat jauhatuksen aikana li-
säksi niin alittiina rasituksille, että tuotantomittainen jauhatus
ei olisi mahdollista. Jauhettu pigmenttiliite jähmettyi mylystä
tullessaan ja oli väristään poikkeuksellisen tummaa. Näissä olo-
suhteissa tapahtui siis myös myllyn voimakasta kulumista.

Esimerkki 2 (Vertailukoe)

Kipsiä jauhettiin ilman jauhatusapuaineita myllyn jatkuvan toi-
minnan kannalta sopivalla 45-50 % kuivapainoalueella. Näytteistä
poistettiin ylimäääräinen vesi painesuodattimella. Kiintoaineepi-
toisuus suodatinkakuissa oli parhaimmillaan 70 % paikkeilla ja
suodatinkakut olivat olomuodoltaan kiinteitä. Dispergoitaessa
suodatinkakkua veteen kipsin dispergoinnissa hyväksi havaituilla
aineilla (CMC + polyakrylaatti + polyfosfaatti) päästiin suunnilleen
samaan kuiva-aineepitoisuuteen (67-70 %) kuin aikaisemmin ku-
vatum US-patentin mukaan toimittaessa. Menetelmän avulla ei siis
kipsilietteen kuiva aineepitoisuus parane. Saadun kipsipigmentin
hiukkaskokojakautuma todettiin jyrkäksi, ja hiukkasten pituuden

suhde paksuuteen oli keskimäärin noin 1-3.

67568

Esimerkki 3 (Vertailukoe)

Esimerkin 2 mukaisella kipsipigmentillä tehtiin edelleen paperin päälystyskokeita pilot-koneella terämenetelmällä. Noin 68 % kuiva-aineepitoisuudessa jauhettiin SE-patentihakemukseissa 8200586 kuvattuja dispergointiaineita käyttäen vertailupigmentit. Näillä saatiin 2-3 %-yksikköä korkeammassa kuiva-aineepitoisuudessa ajo-kelpoiset, 10 osaa styreenibutadienilateksia ja 1,5 osaa CMC:aa sisältävät päälystyspastat. Vertailupastoja käyttäen saatiin papereihin myös parempi kiilto kuin esimerkin 1 mukaan valmistetulla kipsipigmentillä. Koe osoittaa, että ilman dispergointiaineita jauhettaessa kipsistä ei saada korotetussa kuiva-aineepitoisuudessa ajokelpoisia pastoja.

Esimerkki 4

Valmistettiin kipsipigmenttiä erilaisissa olosuhteissa, jolloin pigmentin muototekijä vaihteli välillä n. 1-20. Näytteet laimenettiin pumpattavissa oleviksi lietteiksi, jotka lingottiin mahdollisimman kuiviksi (20 min 2990 m/min kehänopeudella). Tulokset on esitetty taulukossa 1.

Taulukko 1

Olosuhteet pigmentin jauhatuksessa	Hiukkisen pituuden suhde paksuuteen	Sakan kuiva-aineepitoisuus, %
n. 50 % kuiva-aineepitoisuus (KAP), ei apuaineita	n. 1-3	66
72 % KAP, anioninen tensidi 0,8 %	2-4	84

65 % KAP, anioninen ten-
sidi 1 %, CMC 1 %

2-10

84

US-patentin 4310360

mukainen pigmentti

n. 20

78

Koe osoittaa, että jauhettaessa keksinnön mukaan olosuhteissa, joissa kuiva-aineepitoisuus ja viskositeetti on optimaalinen, saadaan veden poiston kannalta tiiveimmäksi pakkautuva pigmentti. Keksinnön menetelmää voidaan hyödyntää valmistettaessa kauppalaatuista pigmenttilietettä alle 67 % kuiva-aineepitoisuudessa jauhettua lietteestä tai kuivaa pigmenttiä. Pilot-mittaisissa kokeissa ovat dekantterityyppinen linko tai painesuodatin osoittautuneet käytökelpoisiksi veden erotuslaitteiksi.

Esimerkki 5 (Vertailukoe)

Puhdistettua fosfokipsiä jauhettiin US-patentin 4310360 mukaan 68 % kuiva-aineepitoisuudessa n. 40 % alle 2 / um hiukksakokoon käyttäen jauhatusapuaineena 1,5 % matalaviskoottista CMC:tä kuivaksi lasketun kipsin painosta. Saatujen hiukkasten pituuden suhde leveyteen oli välillä 15-20. Pigmenttiä kokeiltiin erikoiskartongin päälystykseen. Kartonkilaadun tärkeitä tuoteominaisuksia ovat mm. matta pinta, hyvä pesunkesto ja syvä painettavuus. Päälystyspastassa korvattiin normaalisti käytetystä kaoliinista toinen puoli kipsillä. Sideaineena käytettiin lateksia 21 % pigmenttimäärästä. Vertailukelpoisista näytteistä mitattiin mm. seuraavat arvot (taulukko 2).

Esimerkki 6

Puhdistettua fosfokipsiä jauhettiin US-patentin 4310360 mukaan n. 40 % alle 2 / um hiukkaskokoon 58 % kuiva-aineepitoisuudessa käyttäen jauhatusapuaineena 1,5 % matalaviskoottista karboksimeetyyliselluloosaa kuivaksi lasketun kipsin määrästä. Saatiin pigmentti, jossa levymäisten hiukkasten pisimmän dimension suhde lyhimpään oli keskimäärin noin 15. Pigmenttiä kokeiltiin päälyys-

tyspastassa, jossa puolet pigmentistä oli kaoliinia ja jonka si-deaineepitoisuus oli 21 %. Keksinnön mukainen pigmentti valmistettiin 58 % kuiva-aineitoisuudessa jauhamalla samaan hienousastee-seen käyttäen jauhatusapuaineena 0,25 % natriumheksametafosfaattia kipsin määrästä. Tästä pigmentistä, jonka hiukkasten pituuden suhde paksuuteen oli keskimäärin n. 2-6, valmistettiin samanlainen pasta kuin edellisestä. Kaoliini lisätään kipsilietteeseen kuiva-na, jotta päästiin teräpäälystyksen edellyttämään pastan kuiva-aineepitoisuuteen. Vertailupastana oli lisäksi pelkkää kao-liinia sisältävä pasta.

Päälystyskoe tehtiin pilot-koneella erikoiskartongille, jonka tärkeitä tuoteominaisuuksia ovat mattaisuus, syväpainettavuus ja märkähankauslujuus. Saatiin taulukon 2 esittämät tulokset.

Taulukko 2

Muutos kaoliinivertailuun nähden, %

Ominaisuus	US-patentin 4310360 Keksinnön mukainen pigmentti	pigmentti
Vaaleus	+0	+0,2
Opasitetti	-1,8	+0,9
Painovärin absorptio, K&N	-21	+128
Öljyn imeytymisaika, Patra	+30	-91
Sileys, Fogra	-5,8	-25
Syväpainettavuus	+10	+50
Kiilto	+0	-16
Pintalujuus, IGT	+59	+43
Pesutesti	lievä parannus	merkittävä parannus

Esimerkki 7

Esimerkin 6 mukaisen kartonkituotteen päälystyksessä kokeiltiin SE-patentihakemuksen 8200586 menetelmällä tehtyä kipsipigmenttiä

(hiukkasten pituuden suhde paksuuteen n. 20) ja keksinnön mukaisista (mainittu suhde keskimäärin n. 3-4), joka valmistettiin 69 % kuiva-aineepitoisuudessa käyttäen apuaineena 0,85 % anionista pinta-aktiivista ainetta (Na-diooktyylisulfosukkinaattia). Kipsiä dispergoitiin ennen jauhatusta niin kauan, että havaittiin kipsierän kuohkeutuvan ja sen tilavuuden kasvavan n. 1-10 %. Molempia pigmenttejä käyttäen tehtiin 75 osaa kipsiä ja 25 osaa kauliinia sekä 20 osaa lateksia sisältävät pastat, joilla tehtiin päällystyskoe. Saatiin taulukon 3 mukaiset tulokset.

Taulukko 3

Ominaisuus	Keksinnön mukaisella pigmentillä SE-patenttihakemuksen 8200586 mukaiseen pigmenttiin nähden saatu muutos, %
Vaaleus	+1,9
Opasiteetti	+3,2
K&N	+59
Öljyn imeytymisaika	-64
Sileys, Fogra	+29
Syväpainettavuus	+28
Kiilto	-10
Pesutesti	lievä parannus

Esimerkki 8

Tehtiin kipsin ja talkin seospastoja käyttäen kaupallista päällystystalkkiliettettiä, korkeassa kuiva-aineepitoisuudessa (67 %) 1,2 % CMC-määrän avulla jauhettua, 0,4 % polyakrylaattimäärällä jälkidispergoitua kipsiä sekä ilman apuaineita alhaisessa pH:ssa jauhettua, sitten suodatettua ja lopuksi 67 % kuiva-aineepitoisuuteen 1,2 % CMC- ja 0,4 % polyakrylaattimäärällä dispergoitua kipsiä. Edellisen kipsin hiukkasten pituuden suhde paksuuteen oli yli 15, jälkimmäisen n. 2-3. Tehtiin 80:20 (talkki:kipsi) pastat käyttämällä 10 % lateksia ja vielä 1,2 % matalahkoviskositettista

CMC:aa pigmenttien yhteismäärästä laskettuna. Korkeassa kuiva-aineepitoisuudessa jauhettua kipsiä käytettäessä pastaan jouduttiin lisäämään vielä 0,3 % polyakrylaattidispergointiainetta. Viskositeetti (Brookfield) oli 1520 mP. Pasta oli stabiili pari päivää 45°C lämpökaapissa. Matalassa kuiva-aineepitoisuudessa jauhetusta kipsistä tehtiin samanlainen pasta. Polyakrylaatin lisätarve oli vain 0,1 %. Pastan viskositeetti oli samassa kuiva-aineepitoisuudessa 1260 mP. Pasta oli 45°C lämpötilassa stabiili vielä 4 kk kuluttua.

Koe osoittaa, että kipsipigmentin sekoitettavuus talkin kanssa paranee, kun pigmentin muototekijä alenee ja hiukkaskokjakautuma jyrkkenee. Sama koskee sekoitettavuutta muidenkin pigmenttien kuin talkin kanssa. Keksinnön mukaiset pigmentit käyttäytyvät stabiili-suuden suhteen tämän esimerkin ääritapausten välillä.

Esimerkki 9

Kipsiä dispergoitiin veteen n. 72 % kuiva-aineepitoisuudessa käytäen apuaineena Na-dioktyylisulfosukkinaattia 1 % kipsin määrästä niin, että syötteeseen dispergoitui ilmaa hienojakoisina kuplina. Tämän jälkeen liete jauhettiin päälystyspigmenttihienouteen ja kuivattiin joko semmoisenaan tai yli 80 % kuiva-aineepitoisuuteen lingottuna. Kuivatut näytteet voitiin muodostuneiden kokkareiden murskauksen jälkeen helposti dispergoida alkuperäiseen hiukkaskoon. Vertailun vuoksi meneteltiin samalla tavoin US-patentin 4310360 ja SE-patenttihakemuksen 8200586 mukaan valmistetuilla kipsipigmenteillä. Kun nämä kuivattiin, murskattiin ja dispergoitiin uudelleen vesilietteiksi Diaf-dispergaattorilla, osoittautui mahdottomaksi saavuttaa alkuperäistä pigmenttihienoutta.

Keksimääräisellä hiukkaskoolla tarkoitetaan tässä sitä hiukkasko-koaa, jonka alapuolelle jäätä 50 painoprosenttia pigmentistä. Keskimääräisellä muototekijällä tarkoitetaan 10000 kertaisella suuren-noksella otetusta mikroskooppikuvasta katsottuna näytteen yleisintä.

67568

hiukkasmuotoa edustavista hiukkasista arvoitua pisimmän dimension (=pituus) suhdetta lyhimpään (=paksuus). Viimemeinitun menetelmän karkeuden vuoksi ilmoitetaan yleensä muototekijän suuruusluokka-alue, jolloin esimerkiksi hiukkasmuotoalue 3-4 tarkoittaa keske- nään enemmän samanmuotoisia hiukkasia kuin esim. 3-6.

Patenttivaatimukset

1. Kipsipigmentti tai täyteaine, jonka keskimääräinen hiukkaskoko on välillä 0,5-5 μm , tunnettu siitä, että sen hiukkaskokoalue on käytännöllisesti katsoen kokonaisuudessaan yli 0,3 μm ja hiukkasten pisimmän dimension suhde lyhimpään on keskimäärin 3-15, edullisesti 4-6.
2. Menetelmä vaatimuksen 1 mukaisen pigmentin valmistamiseksi, tunnettu siitä, että kipsin vesilietettä jauhetaan hiukkaskokoon 0,5-5 μm dispergointiaineiden läsnäollessa olenaisesti korkeammassa kuiva-aineepitoisuudessa kuin mitä ilman dispergointiaineita tehdysä jauhatuskokeessa todetaan käytökelpoiseksi.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että jauhatus suoritetaan 3-22 %-yksikköä korkeammassa kuiva-aineepitoisuudessa kuin ilman dispergointiaineita todetaan käytökelpoiseksi.
4. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että kuiva-aineepitoisuudeltaan 67-75 % kipsilietteeseen, joka sisältää pinta-aktiivisia aineita, dispergoidaan ennen jauhatusta niin paljon ilmaa, että lietteen tilavuus kasvaa n. 1-10 %.
5. Jonkin patenttivaatimuksen 2-4 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lietteen kuiva-aineepitoisuus nostetaan jauhatuksen jälkeen linkoamalla tai suodattamalla, edullisesti painesuodatuksella, ja suodatuksesta tai linkouksesta saatu yli 67 % kuiva-ainetta sisältävä suodatinkakku dispergoidaan uudestaan lietemuotoon käyttäen tarvittaessa jotakin kipsin dispergointiainetta.
6. Jonkin patenttivaatimuksen 2-4 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lietteen kuiva-aineepitoisuus nostetaan jauhatuksen jälkeen linkoamalla tai suodattamalla, ja saatu yli 75 % kuiva-ainetta sisältävä suodatinkakku kuivataan.

Patentkrav

1. Gipspigment eller fyllmedel vars genomsnittliga partikelstorlek är mellan 0,5-5 μm , kännetecknat av att dess partikelstorleksintervall praktiskt taget i sin helhet är över 0,3 μm och att förhållandet mellan partiklarnas längsta dimension till deras kortaste är i medeltal 3-15, lämpligen 4-6.
2. Förfarande för framställning av ett pigment enligt krav 1, kännetecknat av att ett vattenslamma av gipsen males till partikelstorleken 0,5-5 μm i närvaro av ett dispergeringsmedel vid en väsentligen högre torrämneshalt än vad som konstateras praktiskt vid ett malningsförsök utan dispergeringsmedel.
3. Förfarande enligt krav 2, kännetecknat av att malningen utföres vid en torrämneshalt som är 3-22 %-enheter högre än vad som konstateras praktiskt utan dispergeringsmedel.
4. Förfarande enligt krav 1 eller 2, kännetecknat av att i ett gipsslamma med en torrämneshalt på 67-75 %, som innehåller ytaktivmedel, dispergeras före malningen så mycket luft att slammans volym växer ca 1-10 %.
5. Förfarande enligt något av kraven 2-4, kännetecknat av att slammans torrämneshalt höjes efter malningen genom centrifugering eller filtrering, lämpligen tryckfiltrering, och den över 67 % torrämme innehållande filterkakan erhållen från filtreringen eller centrifugeringen återdispergeras till slammform, vid behov med användning av något dispergeringsmedel för gips.
6. Förfarande enligt något av kraven 2-4, kännetecknat slammans torrämneshalt höjs efter malningen genom centrifugering eller filtrering och den erhållna över 75 % torrämme innehållande filterkakan torkas.

Viitejulkaisuja-Anfördta publikationer

67568

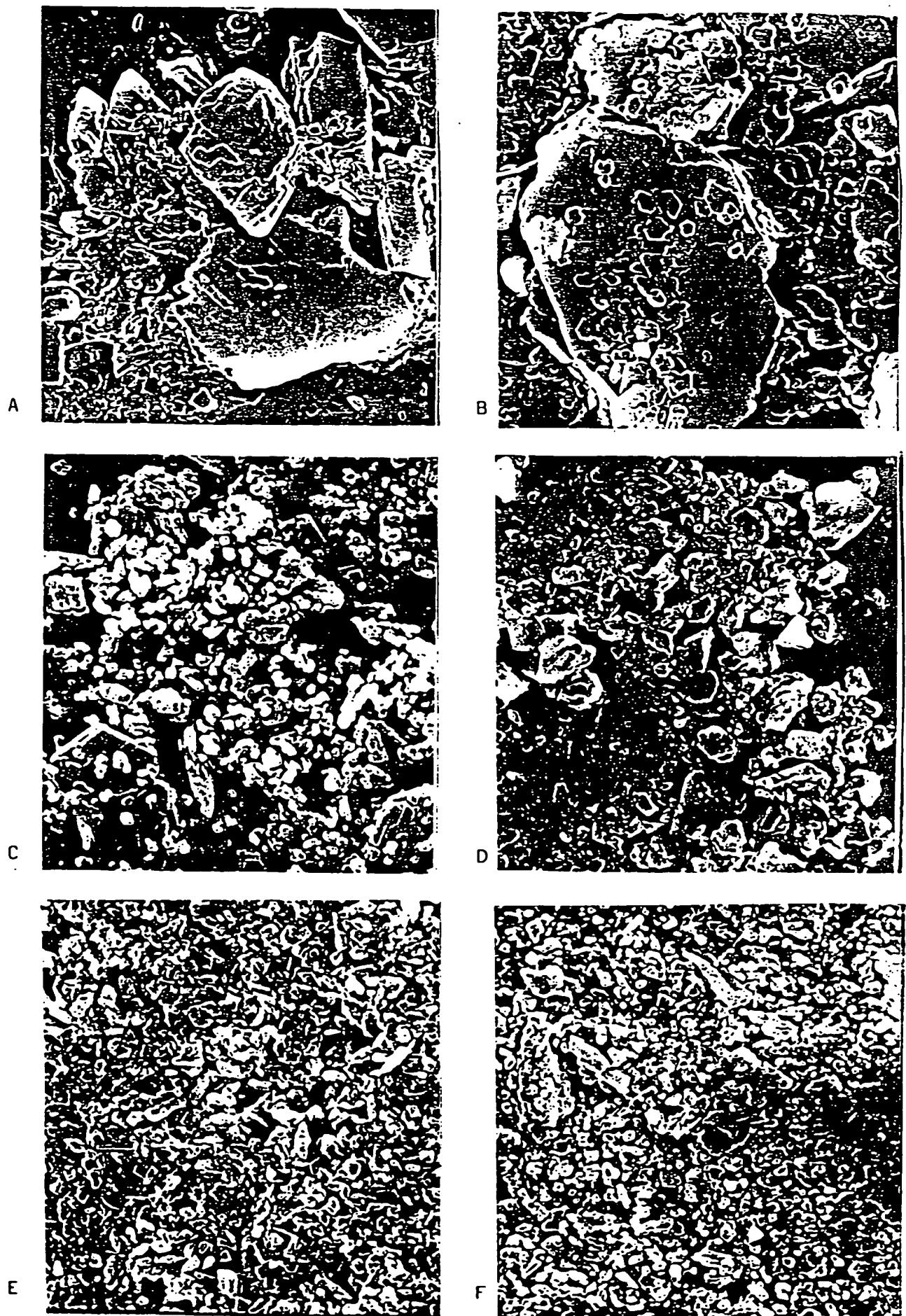


Fig. 1

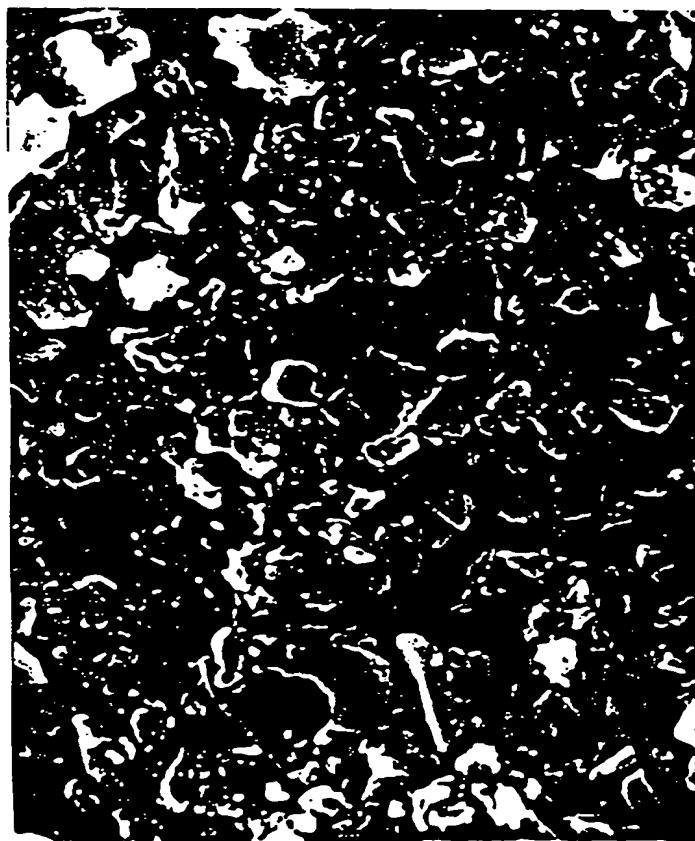
67568



Fig. 2 A



Fig. 2 B



67568

Fig. 2 C



Fig. 2 D

67568

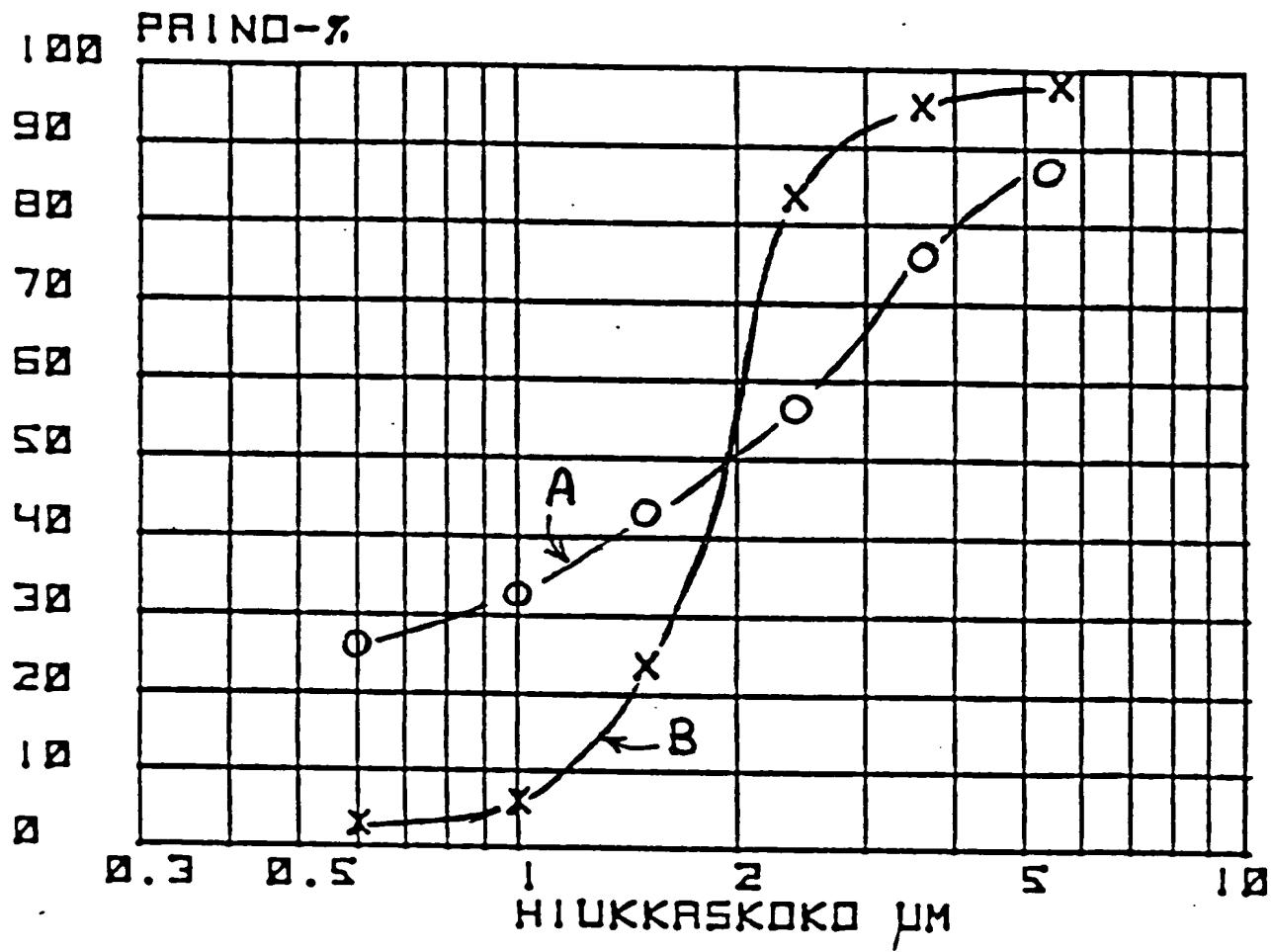


Fig. 3